

Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER : 62190110
PUBLICATION DATE : 20-08-87

APPLICATION DATE : 15-02-86
APPLICATION NUMBER : 61029879

APPLICANT : SHISEIDO CO LTD;

INVENTOR : NAKANE TOSHIHIKO;

INT.CL. : A61K 7/00

TITLE : CHITOSAN-CONTAINING COSMETIC

ABSTRACT : PURPOSE: A cosmetic having improved utility, finish, stability, moldability and impact resistance, containing spherical chitosan powder.

CONSTITUTION: A cosmetic which contains usually 0.1~80wt%, preferably 1~60wt% spherical chitosan powder having preferably $\leq 40\mu$, especially 20~0.1 μ average particle diameter and can provide a powdery solid product with contradictory characteristics wherein the product has good spread, a transparent feeling, yet good moldability and does not cake and gives a liquid cosmetic which is refreshing and has stability. The spherical chitosan powder is naturally occurring one which is safe to human body, especially to the skin.

COPYRIGHT: (C)1987,JPO&Japio

Make-up cosmetic material - contg. spherical de-acetylated chitin powder

Patent Number : **JP62190110**

International patents classification : A61K-007/00

• **Abstract :**

JP62190110 A The material is used in various cosmetic material for make-up such as powdery foundation, eye colour, make-up base, nail enamel, eye liner, lip colour, etc. It is smoothly spread to skin, easily moulded without caking, and offers transparent finish when used in powdery solid cosmetic material. Stable and non-sticky property is provided when used as liq.. (0/0)

• **Publication data :**

Patent Family : JP62190110 A 19870820 DW1987-39 11p * AP:

1986JP-0029879 19860215

Priority n° : 1986JP-0029879 19860215

Covered countries : 1

Publications count : 1

• **Patentee & Inventor(s) :**

Patent assignee : (FUJN) FUJI SPINNING CO LTD

(SHIS) SHISEIDO

• **Accession codes :**

Accession N° : 1987-273776 [39]

Sec. Acc. n° CPI : C1987-116157

• **Derwent codes :**

Manual code : CPI: A10-E09 A12-S09

A12-V04C D08-B01

Derwent Classes : A96 D21

• **Update codes :**

Basic update code : 1987-39

⑫ 公開特許公報(A)

昭62-190110

⑬ Int. Cl. 4

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 昭和62年(1987)8月20日

A 61 K 7/00

7306-4C

審査請求 未請求 発明の数 1 (全11頁)

⑮ 発明の名称 キトサン配合化粧料

⑯ 特 願 昭61-29879

⑰ 出 願 昭61(1986)2月15日

⑱ 発 明 者	谷 邊	博 昭	静岡県駿東郡小山町小山129-1
⑱ 発 明 者	川 村	佳 秀	静岡県駿東郡小山町藤曲54-1
⑱ 発 明 者	大 野	和 久	東京都大田区池上3-14-3
⑱ 発 明 者	横 山	広 幸	横浜市港北区新羽町338
⑱ 発 明 者	中 根	俊 彦	横浜市金沢区富岡西4-24-6
⑰ 出 願 人	富士紡績株式会社		東京都中央区日本橋人形町1丁目18番12号
⑰ 出 願 人	株式会社資生堂		東京都中央区銀座七丁目5番5号
⑱ 代 理 人	弁理士 土居 三郎		

明 細 書

1. 発明の名称 キトサン配合化粧料

2. 特許請求の範囲

(1) 球状キトサン粉末を配合してなる化粧料。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は、球状キトサン粉末を配合してなる化粧料に関する。このものは、使用性、仕上り、安定性、成型性、耐衝撃性が良好な化粧料である。

〔従来技術及びその問題点〕

従来の化粧料用体質顔料としては、タルク、カオリン、マイカ、二酸化チタン、亜鉛華、樹脂粉末等が使用されている。これらは、化粧料ののび、つき、カバー性、つや、なじみ、成型性、耐衝撃性等を勘案し配合量を決定して使用されている。

しかしながら、従来の原料を用いた化粧料においては、使用性、仕上り、安定性、成型性、耐衝撃性等の点ですべてが必ずしも満足できるものではなかった。すなわち、従来使用されていた化粧

料用体質顔料の概念では、一般に、滑沢性を良くし、仕上りに透明感を出すために、ある程度粒径の大きい粉末を使用するのがよいとされるが、他面、このような粉末を配合すると^{むら}つきを感じようになり、しかも粉末成型品の場合には成型性が悪い。球状粉末のナイロンパウダーやポリエチレンパウダーなども用いられるが、これらも成型性が悪くなるという欠点があった。また、成型性を良くするために二酸化チタン、カオリン、亜鉛華、タルク等を用いるが、これらを多量配合すると、のびが悪く、仕上りが粉っぽくなり、ケーキングしやすいという欠点があった。さらに、液状化粧料ではなじみを良くし、さっぱり感を出すためにマイカ、タルク、樹脂粉末等の粉末を配合するが、この場合は安定性が悪くなるという欠点があった。

〔発明の目的及び構成〕

本発明者らは、こうした事情に鑑み、前記従来技術の問題点を克服すべく、化粧料の使用性、仕上り、安定性、成型性、耐衝撃性等について鋭意

研究を重ねた結果、球状キトサン粉末を配合した化粧料にあっては、のびが良く、仕上りが粉っぽくなく、透明感があり、きれいで、成型性が良く、ケーキングせず、さらに液状化粧料では、さっぱりし、安定性が良いことを見出し、この知見にもとづいて本発明を完成するに至った。

すなわち、本発明は、球状キトサン粉末を配合してなる化粧料である。

以下、本発明の構成について詳述する。

キトサンは、キチンの脱アセチル化物である。キチンは、カニ、エビ等の甲殻類の外骨格やカビの菌糸等に存在し、化学的には、アミノ糖からなる多糖類の1種である。

本発明における球状キトサン粉末は、平均粒径が40 μ 以下、とりわけ、20~0.1 μ のものが好ましい。平均粒径が40 μ を大幅に超えた場合には、肌にざらつきを生じ、平滑感がなくなることがある。

配合量は、目的とする化粧料によって異なるが化粧料の全域としては、通常0.1~80重量%、

好ましくは1~60重量%である。配合量が0.1重量%未満の場合は球状キトサン粉末の効果が現れず、80重量%を超えた場合は化粧料としての肌へのつきが悪くなり、実用的でない。

本発明における球状キトサン粉末は、次の方法によって製造することができる。

①キトサンの酸性液に、乳化剤を含む疎水性溶剤を入れ、攪拌してエマルジョン化し、このものをアルカリ液中で攪拌しながら凝固析出する方法、②キトサンの酸性液を塩基性液中に落下させ凝固再生することによって粒状化し、中性になる迄充分に洗浄し、乾燥して粒状キトサンを得る方法、③キトサンを酸性液中に溶解し、該酸性液を塩基性液に加えて凝固再生し、生成した凝固物を中性になる迄充分に洗浄後、洗浄に用いた液を分散媒としてキトサンを粉碎分散せしめて懸濁液とし、該懸濁液を高温雰囲気中に加圧空気と共に吐出し、乾燥させる方法。

これらの方法のうち、微粒子で粒径分布のせまい球状キトサンを簡単に得るには、本発明者⁵が

先に特許出願した特願昭60-203006号による④の方法が最も好ましい。

前記①~④の方法において、キトサンを溶解する酸性液としては、酢酸、ジクロル酢酸、蟻酸の単独、若しくは混合物、又はそれらの水溶液を用いることができる。塩基性液としては、キトサン酸性液を凝固再生し、さらに凝固したキトサンを粉碎する際に懸濁して乳状液となり易いものが好ましく、アンモニア、エチレンジアミン、苛性ソーダ等の水溶液、又はこれら塩基性物質にメタノール、エタノール等の極性を有するアルコールを添加したものであってもよい。また、キトサン酸性液を塩基性液中で凝固析出させて得る凝固物の大きさは、特に制限されるべきものではないが、粒状のものである場合は、中和洗浄等の作業性から粒径が1~2mmのものが好ましい。

上記のようにして得られたキトサン凝固物は水中で中性になる迄充分洗浄し、その後、水中で粉碎、分散せしめて乳状の懸濁液を得る。粉碎にはホモジナイザーを使用することができる。粉碎後の懸

濁液は、ノズル周辺から吐出される加圧空気と共に高温雰囲気中に吐出乾燥される。高温雰囲気温度は、球状キトサン粉末が乾燥されるに充分な温度で100~180℃の範囲で自由に選択できる。吐出は、懸濁液の分散性を保持しながら行うことが必要で、例えば、ホモジナイザーで分散を行ないながら吐出することも可能である。吐出されたキトサン懸濁液は、分散媒である水の表面張力等によって高温雰囲気中で乾燥される際に、微小な球状体に成形される。得られる球状体の粒径は、高温雰囲気中に吐出する際の吐出量と加えた空気圧力とを適宜調節することによって任意に選択することができる。

このような方法によると、工程が簡便であるばかりでなく、得られた球状キトサン粉末は、添加物を添加していないため経時で変質することがなく、粒径がそろっているという利点がある。

本発明の化粧料には、上記した球状キトサン粉末の他に、通常化粧料に用いられる他の成分を必要に応じて適宜適量配合することができる。例え

ば、タルク、カオリン、セリサイト、白雲母、合成雲母、金雲母、紅雲母、黒雲母、リチア雲母、パーミキュライト、炭酸マグネシウム、炭酸カルシウム、珪そう土、ケイ酸マグネシウム、ケイ酸カルシウム、ケイ酸アルミニウム、ケイ酸バリウム、硫酸バリウム、ケイ酸ストロンチウム、タングステン酸金属塩、シリカ、ヒドロキシアパタイト、ゼオライト、窒化ホウ素、セラミクスパウダー等の無機粉末、ナイロンパウダー、ポリエチレンパウダー、ベンゾグアナミンパウダー、四弗化エチレンパウダー、ジスチレンベンゼンピンホールポリマーパウダー、微結晶性セルロース等の有機粉体、酸化チタン、酸化亜鉛等の無機白色顔料、酸化鉄（ベンガラ）、チタン酸鉄等の無機赤色系顔料、 γ 酸化鉄等の無機褐色系顔料、黄酸化鉄、黄土等の無機黄色系顔料、黒酸化鉄、カーボンブラック等の無機黒色系顔料、マンゴバイオレット、コバルトバイオレット等の無機紫色系顔料、酸化クロム、水酸化クロム、チタン酸コバルト等の無機緑色系顔料、群青、紺青等の無機青色系顔料、

酸化チタンコーテッド雲母、酸化チタンコーテッドオキシ塩化ビスマス、オキシ塩化ビスマス、酸化チタンコーテッドタルク、魚鱗箔、着色酸化チタンコーテッド雲母等のパール顔料、アルミニウムパウダー、銅パウダー等の金属粉末顔料、赤色201号、赤色202号、赤色204号、赤色205号、赤色220号、赤色226号、赤色228号、赤色405号、橙色203号、橙色204号、黄色205号、黄色401号及び青色404号等の有機顔料、赤色3号、赤色104号、赤色106号、赤色227号、赤色230号、赤色401号、赤色505号、橙色205号、黄色4号、黄色5号、黄色202号、黄色203号、緑色3号及び青色1号のジルコニウム、バリウム又はアルミニウムレーキ等の有機顔料、クロロフィル、 β カロチン等の天然色素、スクワラン、流動パラフィン、ワセリン、マイクロクリスタリンワックス、オゾケライト、セレシン、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、オレインイソステアリン酸、セチルアルコール、ヘキサデシル

アルコール、オレイルアルコール、セチル2-エチルヘキサノエート、2-エチルヘキシルパルミテート、2-オクチルドデシルガムエステル、ネオペンチルグリコール-2-エチルヘキサネート、イソオクチル酸トリグリセライド、2-オクチルドデシルオレエート、イソプロピルミリステート、イソステアリン酸トリグリセライド、ヤシ油脂肪酸トリグリセライド、オリーブ油、アボガド油、ミツロウ、ミリスチルミリステート、ミンク油、ラノリン等の各種炭化水素、高級脂肪酸、油脂類、エステル類、高級アルコール、ロウ類等の油分、アセトン、トルエン、酢酸ブチル、酢酸エチル等の有機溶剤、アルキッド樹脂、尿素樹脂等の樹脂、カンファ、クエン酸アセチルトリブチル等の可塑剤、紫外線吸収剤、酸化防止剤、防錆剤、界面活性剤、保湿剤、香料、水、アルコール、増粘剤等があげられる。

以下に球状キトサン粉末の製造法の例を示す。

製造例1

脱アセチル化度77%、平均分子量142000の

に
キトサン25gを酢酸12.5gを含む水975gを加えて溶解し、キトサン酸性液を得た。この液の20℃における粘度は、回転粘度計で測定したところ2100cpであった。このキトサン酸性液を5%のアンモニア水溶液中に落下させて紐状にキトサンを凝固再生させた。この凝固物を中性になるまで充分水で洗浄した後、水中でホモジナイザー（日本精機株式会社製、AM-3型）を用いて15000rpmの回転数で7分間粉碎して分散させ、乳状の懸濁液とした。これを120メッシュのフルイで粗大片を濾別し、濾液を4.0kg/cm²の加圧空気と共に毎分17.6mlの液量で170～175℃の高温雰囲気中に吐出して乾燥し、乾燥物をサイクロンコレクターに捕集した。得られた球状粉末の球径を走査型電子顕微鏡で測定した。平均粒径5 μ 、粒径分布1～10 μ の球状キトサン粉末19gを得た。

製造例2

脱アセチル化度95%、平均分子量46000のキトサン60gを30gの蟻酸を含む水940

gに溶解してキトサン酸性液を得た。この液の20℃における粘度は、回転粘度計で測定したところ2800cpであった。このキトサン酸性溶液を10%苛性ソーダと30%メチルアルコール及び水60%からなる塩基性水溶液中に孔径0.25mmのノズルより落下させてキトサンを凝固再生し、中性になるまで充分水で洗浄して粒径0.7~2.0mmの粒状物を得た。該粒状物600mlをとり、製造例1と同様にホモジナイザーを用いて15000rpmの回転数で7分間攪拌して乳状の懸濁液とし、さらに水を加えて1ℓとした。これを100メッシュのフルイで濾過後、濾液をホモジナイザーで攪拌しながら分散状態を保ちつつ、3.0kg/cm²の加圧空気と共に毎分17.6mlの液量で、175℃の高温雰囲気中に吐出して乾燥し、乾燥物をサイクロンコレクターで捕集した。この捕集した球状粉末を走査型電子顕微鏡で測定した。平均粒径10μ、粒径分布5~15μの球状キトサン粉末25.5gを得た。

〔発明の効果〕

- 2 : やや悪い
 3 : 普通
 4 : やや良い
 5 : 良い
- (B) 描きやすさ
 1 : 非常に描きにくい
 2 : 描きにくい
 3 : 普通
 4 : 描きやすい
 5 : 非常に描きやすい
- (C) 透明感
 1 : 透明感がない
 2 : やや透明感がない
 3 : 普通
 4 : やや透明感がある
 5 : 透明感がある
- (D) 仕上りのきれいさ
 1 : 非常にきたない
 2 : きたない
 3 : 普通

本発明の球状キトサン粉末を配合した化粧料によると、今まで相反する事象とされていた特性を併せ具現化することができる。すなわち、のびが良く、仕上りが粉っぽくなく透明感がありながら、成型性が良くしかもケーキングしないという特性を粉末固型製品に付与することができ、また、液状化粧料では、さっぱりし、安定性が良いという優れた特性を持つ化粧料を具現化することができる。さらに、球状キトサン粉末は天然物由来のものであって人体特に皮膚に対し安全である。

〔実施例及び比較例〕

次に、実施例をあげて、本発明をさらに詳細に説明する。本発明はこれにより限定されるものではない。実施例及び比較例中の%は重量%である。

実施例及び比較例における製品効果の評価は次のとおりである。専門パネラー20名により下記の各項目ごとに各5段階で評点評価を行った。

- (A) のび、ひろがり、さっぱりさ、保香性、
 密着感、もち、つき
 1 : 悪い

- 4 : きれい
 5 : 非常にきれい

- (E) ケーキング
 1 : すぐケーキングする
 2 : ケーキングしやすい
 3 : ややケーキングする
 4 : ケーキングしにくい
 5 : 全くケーキングしない

以上(A)~(E)について20名のパネラーによる5段階評点の平均値を求め、これにより総合評価をし、結果を下記のように表示した。

- ◎ : 4.5 ~ 5.0
 ○ : 3.5 ~ 4.4
 △ : 2.5 ~ 3.4
 × : 1.5 ~ 2.4
 ×× : 1.0 ~ 1.4

実施例1

下記の処方によりパウダリーファンデーションを製造した。

- (1) 球状キトサン粉末 58.8%

(製造例1で得た平均粒径5 μ 、
粒径分布1~10 μ のもの)

(2)	酸化チタン	8 %
(3)	タルク	15 %
(4)	酸化鉄顔料	5 %
(5)	シリコンオイル	2 %
(6)	2-エチルヘキシルパルミテート	9 %
(7)	ソルビタンセスキオレート	1.5 %
(8)	防腐剤	0.5 %
(9)	香料	0.2 %

上記(1)~(3)と(4)をヘンシェルミキサーで混合し、これに(5)~(8)と(9)を加熱溶解混合したものを添加混合した後粉碎し、これを中皿に成型しパウダリーファンデーションを得た。

比較例1

実施例1の処方中、球状キトサン粉末を20%のタルクと38.8%の絹雲母に置換したほかは、実施例1と同様にして製品を得た。

実施例1の製品と比較例1のその官能評価結

果を表1に示す。

表1

	のび	透明感	仕上りの きれいさ	ケーキ ング
実施例1	◎	◎	◎	◎
比較例1	△	△	○	×

表1に示される如く、本発明の実施例1の製品は比較例1のそれに比べ高い評価を得ていることがわかる。

また、直径5.3 cmの中皿にパウダリーファンデーションを13 g取り、ケムウォールハンドプレス成型機で160 kg/cm²の圧力で成型し成型品について、オルゼン硬度計(1ポンド計)で測定した硬度は実施例1の製品が15、比較例1のそれが28で、本発明の実施例1の方が成型性が良いことがわかる(硬度の数値が小さいほど成型性は良好である。)

さらに、前記と同様な条件で成型した成型品についての耐衝撃性試験(包装貨物落下試験機10

型、千代田工業、1.2 m落下、鉄板上)の結果を表2に示す。

表2

	われた個数/試験個数
実施例1	0/10
比較例1	4/10

表2から明らかなように、実施例1の製品は比較例2のそれに比べ耐衝撃性が優れていることがわかる。

実施例2

下記の処方によりブラッシャーを製造した。

(1)	球状キトサン粉末	5 %
(製造例2で得た平均粒径10 μ 、 粒径分布5~15 μ のもの)		
(2)	タルク	0 %
(3)	絹雲母	4.5 %
(4)	パール顔料	5 %
(5)	酸化鉄顔料	6 %
(6)	スクワラン	3 %

(7)	2-エチルヘキシルパルミテート	6 %
(8)	防腐剤	0.3 %
(9)	香料	0.2 %

上記(1)~(4)と(5)をヘンシェルミキサーで混合し、これに(6)~(8)と(9)を加熱溶解混合したものを添加混合した後粉碎し、これを中皿に成型しブラッシャーを得た。

比較例2

実施例2の処方中、球状キトサン粉末を絹雲母に置換したほかは、実施例2と同様にして製品を得た。

実施例2の製品と比較例2のその官能評価結果を表3に示す。

表3

	ひろがり	透明感	仕上りの きれいさ
実施例2	◎	◎	◎
比較例2	○	△	○

表3に示される如く、本発明の実施例2の製品

は比較例2のそれに比べ高い評価を得ていることがわかる。

また、3.5 cm×4.5 cmの中皿にブラッシャーを5 g取り、ケムウォールハンドプレス成型機で120 kg/cm²の圧力で成型した成型品について、硬度は実施例2が17、比較例2が21で、本発明の実施例2の方が成型性が良いことがわかる。

さらに、前記と同様な条件で成型した成型品についての耐衝撃性試験（実施例1と同様な試験）の結果は表4に示す通りで、実施例2の製品は比較例2のそれに比べ耐衝撃性が優れていることがわかる。

表4

	われた個数/試験個数
実施例2	0/10
比較例2	3/10

実施例3

下記の処方によりアイシャドーを製造した。

- (1) 球状キトサン粉末 5 %

果を表5に示す。

表5

	ひろがり	透明感	仕上りの きれいさ
実施例3	◎	◎	◎
比較例3	○	△	○

表5に示される如く、本発明の実施例3の製品は比較例3のそれに比べ高い評価を得ていることがわかる。

また、1 cm×2 cmの中皿にアイシャドーを1.5 g取り、ケムウォールハンドプレス成型機で40 kg/cm²の圧力で成型した成型品について、硬度は実施例3の成型品が15、比較例3のそれが20で、実施例3の方が成型性が良いことがわかる。

さらに、前記と同様な条件で成型した成型品についての耐衝撃性試験（実施例1と同様な試験）の結果は表6に示す通りで、実施例3の成型品は比較例3のそれに比べ耐衝撃性が優れていることがわかる。

（製造例1に準じて得た平均粒径

20 μ、粒径分布15～25 μのもの）

- | | | |
|------|-----------------|--------|
| (2) | タルク | 30 % |
| (3) | マイカ | 45.7 % |
| (4) | 群青 | 8 % |
| (5) | 酸化鉄顔料 | 4 % |
| (6) | スクワラン | 4 % |
| (7) | セチル2-エチルヘキサノエート | 1.9 % |
| (8) | ソルビタンセスキオレート | 1.1 % |
| (9) | 防腐剤 | 0.1 % |
| (10) | 香料 | 0.2 % |

上記(1)～(4)と(5)をヘンシェルミキサーで混合し、これに(6)～(9)と(10)を加熱溶解混合したものを添加混合した後粉碎し、これを中皿に成型しアイシャドーを得た。

比較例3

実施例3の処方中、球状キトサン粉末をマイカに置換したほかは、実施例3と同様にして製品を得た。

実施例3の製品と比較例3のその官能評価結

表6

	われた個数/試験個数
実施例3	0/10
比較例3	6/10

実施例4

下記の処方により乳化ファンデーションを製造した。

- | | | |
|------|--------------------------|--------|
| (1) | ステアリン酸 | 0.4 % |
| (2) | イソステアリン酸 | 0.3 % |
| (3) | セチル2-エチル
ヘキサノエート | 4 % |
| (4) | 流動パラフィン | 11 % |
| (5) | POE(10)ステアリルエーテル | 2 % |
| (6) | 球状キトサン粉末
(実施例1の場合と同じ) | 3 % |
| (7) | タルク | 15 % |
| (8) | 酸化鉄顔料 | 4 % |
| (9) | セチルアルコール | 0.3 % |
| (10) | 防腐剤 | 0.07 % |

(11)	トリエタノールアミン	0.42 %
(12)	プロピレングリコール	5 %
(13)	キサンタンガム	0.02 %
(14)	イオン交換水	54.19 %
(15)	香料	0.3 %

上記(1)～(9)と(10)を85℃に加熱溶解混合分散した後(11)～(13)と(14)を85℃で加熱溶解混合した混合物を徐々に添加し乳化した。乳化時温度を10分間保持して攪拌した後、攪拌冷却して45℃とする。これに(15)を加え35℃まで攪拌冷却を続け、取り出し、容器に充填して乳化ファンデーションを得た。

比較例4

実施例4の処方中、球状キトサン粉末をタルクに置換したほかは、実施例4と同様にして製品を得た。

実施例4と比較例4の官能評価結果を表7に示す。

(6)	赤色酸化鉄	0.01 %
(7)	黄色酸化鉄	0.001 %
(8)	黒色酸化鉄	0.005 %
(9)	二酸化チタン(アナターゼ)	1 %
(10)	球状キトサン粉末	1 %

(製造例1で得た平均粒径5μ、
粒径分布1～10μのもの)

(11)	苛性ソーダ	0.2 %
(12)	スクワラン	3 %
(13)	セチル2エチルヘキサノエート	3 %
(14)	ワセリン	1 %
(15)	セトステアリルアルコール	3 %
(16)	ステアリン酸	2 %
(17)	グリセリルモノステアレート	2 %
(18)	POE(10)ステアリルエーテル	1 %
(19)	パラベン	0.5 %
(20)	香料	0.1 %

上記(1)～(11)までの原料を70℃で混合し、これに(12)～(20)までの原料を混合溶解したものを添加し混合乳化した後脱気、冷却、濾過した後

表7

	のび	さっぱりさ	透明感	仕上りの きれいさ
実施例4	○	◎	◎	◎
比較例4	△	△	△	○

表7に示される如く、本発明の実施例4の製品は比較例3のそれに比べ高い評価を得ていることがわかる。

さらに、実施例4の製品と比較例4のそれを37℃で1か月放置したとき、比較例4の製品は若干の分離が認められたが、実施例4のそれは全く分離が認められず安定性の高いものであった。

実施例5

下記の処方により化粧下地を製造した。

(1)	精製水	68.164 %
(2)	グリセリン	7 %
(3)	プロピレングリコール	7 %
(4)	ヘキサメタリン酸ナトリウム	0.01 %
(5)	EDTA・3Na 2水塩	0.01 %

容器に充填し化粧下地を得た。

比較例5

実施例5の処方中、球状キトサン粉末をマイカに置換したほかは、実施例5と同様にして製品を得た。

実施例5の製品と比較例5のその官能評価結果を表8に示す。

表8

	のび	さっぱりさ	透明感
実施例5	◎	○	○
比較例5	△	△	△

表8からわかるように、本発明の実施例5の製品は比較例5のそれに比し優れていることがわかる。

実施例6

下記の処方によりネイルエナメルを製造した。

(1)	ニトロセルロース	12 %
(2)	変性アルキッド樹脂	12 %
(3)	クエン酸アセチルトリブチル	5 %

(4)	酢酸 α -ブチル	36.4 %
(5)	酢酸エチル	6 %
(6)	α -ブチルアルコール	2 %
(7)	トルエン	21 %
(8)	酸化鉄顔料	0.5 %
(9)	二酸化チタン	0.1 %
(10)	パール顔料	2 %
(11)	球状キトサン粉末	2 %
(製造例1に準じて得た平均粒径 3 μ 、粒径0.5 ~ 6 μ のもの)		

(12) 有機変性モンモリロナイト 1 %
上記(1)(2)(3)と(4)の一部、(5)(6)と(7)を溶解しこれに(12)と(4)の残部を混合しゲル状にしたものを添加混合し、さらに(8)(9)(10)と(11)を添加混合し、容器に充填しネイルエナメルを得た。

比較例6

実施例6の処方中球状キトサン粉末をカオリンに置換したほかは、実施例6と同様にして製品を得た。

(6)	黒色酸化鉄	0.1 %
(7)	スクワラン	37 %
(8)	セチル2-エチルヘキサノエート	16 %
(9)	ソルビタンセスキオレート	1 %
(10)	アリストワックス	4 %
(11)	カルナバロウ	1.3 %
(12)	香料	0.2 %

上記(7)(8)と(9)を80℃で混合し、これに(1)(2)(3)(4)(5)と(6)を添加し、ディスパーで混合した後、TKミル処理する。(10)と(11)を加熱溶解し、添加混合後、脱気する。(12)をゆるやかに混合した後、80℃で容器に充填し、冷却することにより油性スチックファンデーションを得た。

比較例7

実施例7の処方中、球状キトサン粉末を平均粒径15 μ のポリエチレンパウダーに置換したほかは、実施例7と同様にして製品を得た。

実施例7の製品と比較例7のその官能評価結果を表10に示す。

実施例6の製品と比較例6のその官能評価結果を表9に示す。

表9

	のび	ひろがり
実施例6	○	○
比較例6	△	×

表9から明らかなように、本発明のネイルエナメルは比較例のそれに比し優れていることがわかる。

実施例7

下記の処方により油性スチックファンデーションを製造した。

(1)	二酸化チタン	13 %
(2)	カオリン	12 %
(3)	球状キトサン粉末	13.7 %
(製造例1に準じて得た平均粒径 15 μ 、粒径分布10~20 μ のもの)		
(4)	赤色酸化鉄	1 %
(5)	黄色酸化鉄	0.7 %

表10

	のび	さっぱりさ	透明感
実施例7	○	◎	○
比較例7	○	△	△

表10から明らかなように、本発明の油性スチックファンデーションは比較例のそれに比し優れていることがわかる。

実施例8

下記の処方によりアイライナーを製造した。

(1)	黒色酸化鉄	7 %
(2)	二酸化チタン	5 %
(3)	球状キトサン粉末	2 %
(製造例1に準じて得た平均粒径 4 μ 、粒径分布1~7 μ のもの)		
(4)	酢酸ビニル樹脂エマルジョン	45 %
(5)	グリセリン	6 %
(6)	POE(20)ソルビタン モノラウレート	1.8 %
(7)	カルボキシメチルセルロース	18 %

(10%水溶液)

(8) ビーガム(5%水分散液)	5 %
(9) 精製水	9.9 %
(10) 防腐剤	0.1 %
(11) 香料	0.2 %

上記(9)に(5)(6)を加え、これに(1)～(3)を添加し、コロイドミル処理する(顔料部)。(4)(7)(8)(10)(11)を混合し、70℃で顔料部を加えて均一に分散した後、冷却、充填しアイライナーを得た。

比較例8

実施例8の処方中、球状キトサン粉末を平均粒径4μの球状シリカビーズに置換したほかは、実施例8と同様にして製品を得た。

実施例8の製品と比較例8のその官能評価結果を表11に示す。

表11

	描きやすさ	仕上りきれいさ
実施例8	◎	○
比較例8	×	×

表11の結果から、本発明の実施例8の製品は比較例8のそれに比し優れていることがわかる。

実施例9

下記の処方によりファンシーパウダーを製造した。

(1) タルク	88 %
(2) 球状キトサン粉末	10 %
(製造例1に準じて得た平均粒径10μ、粒径分布6～14μのもの)	

(3) 香料	2 %
--------	-----

上記(1)と(2)を混合した後(3)を加えて混合し容器に充填してファンシーパウダーを得た。

比較例9

実施例9の処方中、球状キトサン粉末をタルク

に置換したほかは、実施例9と同様にして製品を得た。

実施例9の製品と比較例9のその官能評価結果を表12に示す。

表12

	透明感	保香性
実施例9	◎	◎
比較例9	×	△

表12の結果から、本発明の実施例9の製品は比較例9のそれに比し優れていることがわかる。

実施例10

下記の処方によりアイライナー(鉛筆タイプ)を製造した。

(1) 硬化ヒマシ油	15 %
(2) 炭化水素ワックス	6 %
(3) キャンデリラワックス	5 %
(4) ステアリン酸	12 %
(5) イソプロピルミリステート	10.95 %
(6) ソルビタンセスキオレート	1 %

(7) 酸化防止剤	0.05 %
(8) 二酸化チタン	5 %
(9) 酸化鉄ブラック	35 %
(10) 球状キトサン粉末	10 %

(製造例1に準じて得た平均粒径

2μ、粒径分布0.5～5μのもの)

上記(1)～(7)を85℃に加熱溶解し、これに(8)～(10)を加え攪拌混合した後、鉛筆用射出成型機にて成型し、木軸にセットしてアイライナー(鉛筆タイプ)を得た。

比較例10

実施例10の処方中、球状キトサン粉末をマイカに置換したほかは、実施例10と同様にして製品を得た。

実施例10の製品と比較例のその官能評価結果を表13に示す。

表 1 3

	の び	密着感	も ち
実施例 1 0	○	○	○
比較例 1 0	△	△	△

表 1 3 の結果から、本発明の実施例 1 0 の製品は比較例 1 0 のそれに比し優れていることがわかる。

実施例 1 1

下記の処方によりマスカラを製造した。

(1)	カルナバワックス	20	%
(2)	セタノール	5	%
(3)	流動パラフィン	52.4	%
(4)	セスキオレイン酸ソルビタン	2.5	%
(5)	ジメチルジアルキル アンモニウムヘクトライト	3	%
(6)	アルミニウムステアレート	5	%
(7)	パラオキシ安息香酸エステル	0.05	%
(8)	酸化鉄ブラック	7	%
(9)	球状キトサン粉末	5	%

る。

実施例 1 2

下記の処方により乳化口紅を製造した。

(1)	ポリエチレンワックス	7	%
(2)	セレシンワックス	4	%
(3)	キャンデリラワックス	7	%
(4)	カルナバロウ	1	%
(5)	ヒマシ油	20	%
(6)	流動パラフィン	24.3	%
(7)	グリセリントリスチアレート	20	%
(8)	チタンコーテイドマイカ	5	%
(9)	黄色酸化鉄	1	%
(10)	赤色酸化鉄	0.3	%
(11)	赤色 2 0 4 号	0.2	%
(12)	ジブチルヒドロキシトルエン	0.1	%
(13)	香料	0.1	%
(14)	球状キトサン粉末	5	%
(製造例 1 に準じて得た平均粒径 3 μ、粒径分布 1 ~ 5 μのもの)			
(15)	精製水	5	%

(製造例 1 に準じて得た平均粒径

1 μ、粒径分布 0.5 ~ 3 μのもの)

上記 (1) (2) を融解した。(3) に (4) (5) (6) (7) (8) (9) を分散溶解し、さらに先に融解した (1) (2) を加えて均一に攪拌混合した後、50℃まで冷却し、容器に充填してマスカラを得た。

比較例 1 1

実施例 1 1 の処方中、球状キトサン粉末をタルクに置換したほかは、実施例 1 1 と同様にして製品を得た。

実施例 1 1 の製品と比較例 1 1 のその官能評価結果を表 1 4 に示す。

表 1 4

	つ き	密着感	も ち
実施例 1 1	◎	○	○
比較例 1 1	△	×	×

表 1 4 の結果から、本発明の実施例 1 1 の製品は比較例 1 1 のそれに比し優れていることがわか

る。上記 (14) (15) を混合し、さらに (5) の 10% 及び (6) の 10% を徐々に添加しながら攪拌混合しペースト状組成物を得た。一方 (1) ~ (4) 及び (7)、並びに、(5) 及び (6) の各残部を釜に仕込み 90℃にて加熱溶解し、(8) ~ (11) を加え、分散した。さらに (12) (13) 及びあらかじめ調整しておいたペースト状組成物を 80℃にて分散混合し、所定の容器に充填した。

比較例 1 2

下記の処方により乳化口紅を製造した。

(1)	ポリエチレンワックス	7	%
(2)	セレシンワックス	4	%
(3)	キャンデリラワックス	7	%
(4)	カルナバロウ	1	%
(5)	ヒマシ油	20	%
(6)	流動パラフィン	23.3	%
(7)	グリセリントリスチアレート	20	%
(8)	チタンコーテイドマイカ	5	%
(9)	黄色酸化鉄	1	%
(10)	赤色酸化鉄	0.3	%

- | | | |
|------|---------------|-------|
| (11) | 赤色204号 | 0.2 % |
| (12) | ジブチルヒドロキシトルエン | 0.1 % |
| (13) | 香料 | 0.1 % |
| (14) | ソルビタンセスキオレート | 2 % |
| (15) | 精製水 | 5 % |
| (16) | プロピレングリコール | 2 % |
| (17) | ソルビット | 2 % |

上記(1)～(7)を90℃に加熱溶解し、次いで(8)～(13)を加え分散した。さらに(14)と(17)を徐々に加え、攪拌混合した。次いで(15)(16)を80℃にて徐々に加え攪拌混合し、所定の容器に充填成型した。

実施例12の製品と比較例12のそれを官能評価結果を表15に示す。

表15

	のび	密着感	もち
実施例12	◎	○	◎
比較例12	△	△	×

表15の結果から、本発明の実施例12の製品

は比較例12のそれに比し優れていることがわかる。また、1か月間-5℃、25℃、45℃、さらにサイクル条件下(-5℃～45℃)に放置したところ、比較例12の製品において、中味ヤセ、色調変化が顕著であったのに対し、実施例12のそれにおいては、全く変化が認められなかった。

特 許 出 願 人 富士紡績株式会社

代 理 人 弁 理 士 土 居 三 郎